

电子束成形TC18钛合金晶体取向规律研究

董伟¹ 黄志涛¹ 刘红梅² 杨光¹ 杨洋¹ 杨帆¹

1 北京航空制造工程研究所高能束流加工技术重点实验室 北京 100024

2 北京科技大学材料科学与工程学院 北京 100083

摘要 采用电子束熔丝成形工艺制备TC18钛合金试件,研究了其柱状晶组织的生长和晶体取向的分布规律。结果表明,用电子束熔丝成形工艺制备的TC18钛合金,其宏观晶相组织为沿垂直方向生长的粗大柱状晶,以外延生长的方式从熔池底部长大。受成形过程中特殊传热条件的影响,电子束熔丝成形钛合金组织中的TC18钛合金晶体形成特定方向的择优取向, α 、 β 两相晶体取向分布都有明显的规律。在成形组织外延生长的情况下, β 相向 α 相晶体结构的转变具有继承性。其中大多数 β 晶粒有 $\langle 001 \rangle$ 方向的强丝织构,柱状晶间 β 相的宏观取向也有明显的特征,分布方向集中为TD、LD及法面ND。 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变严格遵循Burgers取向关系,由同一个母相 β 晶粒内析出的片层 α 满足Burgers取向关系所要求的取向差分布,柱状晶内的 α 主要有6种取向, $\beta \rightarrow \alpha$ 转变过程有较强的变体选择。

关键词 金属材料, TC18钛合金, 电子束熔丝成形, 柱状晶, 外延生长, 织构

中图分类号 TG146

文章编号 1005-3093(2017)03-0203-08

Crystal Orientation Distribution of TC18 Titanium
Fabricated by Electron Beam Wire DepositionDONG Wei¹, HUANG Zhitao¹, LIU Hongmei², YANG Guang¹, YANG Yang¹, YANG Fan¹

1 Beijing Aeronautical Manufacturing Technology Research Institute, Science and Technology on
Power Beam Processes Laboratory, Beijing 100024, China

2 School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing,
Beijing 100038, China

Correspondent: DONG Wei, Tel: (010)85701493, E-mail: 18612551325@163.com

Supported by National Natural Science Foundation of China (No. 51205178) and Natural Science Foundation of
Gansu Province (No. 1208RJZA189)

Manuscript received 2016-07-21, in revised form 2017-01-15

ABSTRACT TC18 titanium was fabricated by Electron Beam Wire Deposition (EBWD). The distribution of crystal orientation and columnar structure of the alloy was investigated. The results show that the macrostructure of TC18 titanium consisted of large columnar grains orientated perpendicular to the workbench plane. The forming of columnar structure is a process of directly epitaxial growth of the β grains on the melt-pool bottom. Crystal orientation distribution has clear regularities, β - α phase structure transition has inherited characteristics. Most of the β grain with $\langle 001 \rangle$ direction present a strong fiber texture with orientation difference less than 10° . There are obvious characteristics among different columnar crystals and distribution direction for TD, LD and normal surface ND. Burgers orientation relation was strictly followed in the process of $\beta \rightarrow \alpha$. The lamella α phase precipitates within the same β grain satisfy the Burgers orientation relationship. There are 6 kinds of orientation for α phase in a columnar grain and there exists strong variant choice of orientations for $\beta \rightarrow \alpha$ transformation process.

资助项目 国家自然科学基金(51205178), 甘肃省自然科学基金(1208RJZA189)

收稿日期 2016-07-21 **定稿日期** 2017-01-15

作者简介 董伟,男,1989年生,工程师

通讯作者 董伟, 18612551325@163.com, 研究方向为增材制造

DOI 10.11901/1005.3093.2016.422

KEY WORDS metallic materials, TC18 titanium, Electron Beam Wire Deposition, column crystal, epitaxial growth, texture

TC18是一种高合金化的高强钛合金,其名义成分为Ti-5AL-5Mo-5V-1Cr-1Fe,是前苏联在20世纪60年代末开发的一种高强钛合金(牌号为BT22)。TC18合金兼有 $\alpha+\beta$ 两相钛合金与 β 相钛合金的性能特点,Mo的含量较高且含有Cr和Fe(各约1.0%),具有与Ti-1023合金相当的热处理强化效应和较高的淬透性,并且热工艺塑性好,特别适合制造飞机机身和起落架等承力构件^[1]。

电子束熔丝快速成形是一种基于零件的三维CAD模型,在真空环境中用高能电子束流作为热源熔化同步送进的金属丝材并逐路径堆积成形,用分层制造、材料累加的方法制造出具有近净尺寸零件的加工方法。与传统锻造方法相比,电子束熔丝快速成形有周期短,成本低、柔性好的特点,特别适合于大型金属复杂结构的整体制造。因此,将电子束熔丝成形应用于TC18钛合金大型复杂承力结构零件的制造,具有广阔的应用前景。

电子束熔丝成形工艺是一个涉及多种能场及反复热循环的金属材料累加过程,在真空环境中沉积材料散热的主要方式为沿成形平面法向的导热^[2]。在这种特殊热力场条件的影响下,成形材料内部的晶体取向呈现一定的规律,尤其是在成形材料内部形成单方向的粗大柱状晶的情况下。因此,研究这种特殊热力场条件下成形材料的组织特征与晶体取向分布规律,对调控电子束熔丝快速成形试件的力学性能有重要的意义。本文对电子束熔丝成形TC18钛合金的金相组织及宏观织构进行实验研究,以阐明钛合金的晶体生长和取向分布规律。

1 实验方法

实验材料为电子束熔丝成形TC18钛合金,成形后经900℃+2 h、>130 GPa热等静压处理。将处理好的试块去除表面热处理渗氧层,然后切取样品用于实验研究。

图1给出了电子束熔丝快速成形TC18钛合金试块,将平行于成形方向定义为横向TD,而垂直于成形平面方向定义为LD。在成形试块上截取截面为22 mm×20 mm(TD方向长度为22 mm)的矩形试样以及10 mm×10 mm的正方形试样,用于织构数据的采集测试以及金相组织观察。用XRD和EBSD测试成形组织的织构。

使用X射线衍射仪进行织构测试,Cu靶,管电压为30 kV,管电流为20 mA,按同心圆步进方式扫描, α

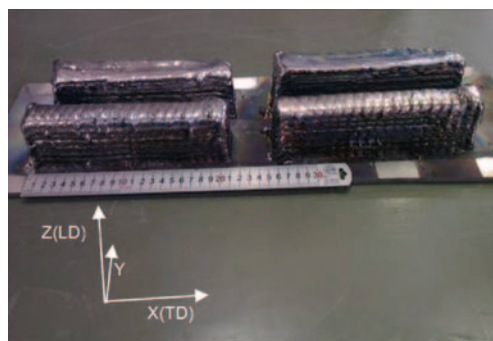


图1 电子束熔丝快速成形的TC18钛合金试块
Fig.1 Schematic of TC18 samples fabricated by EBWD

为20°~90°, β 为0°~360°,测量步长为5°。测试 α 相晶体{0002}、{10-10}、{10-11}面的三张极图数据以及测算其ODF图, β 相晶体{100}面以及{110}面极图。

取成形试样的纵断面即XZ进行EBSD观察,使用热场发射扫描电子显微镜(SEM)配备的EBSD探头以及Channel 5取向分析软件分析其组织特点及织构分布,扫描步长为0.2 μm 。

2 实验结果

2.1 微观组织

电子束熔丝成形TC18钛合金试块的宏观金相组织如图2所示,可见低倍组织为典型的柱状晶组织,生长方向为LD方向。柱状晶底部的基体组织为粗大的等轴晶,等轴晶晶粒大小随距柱状晶底部距离的增大而变小。柱状晶由基体顶部的等轴晶直接外延生长,向成形平面的法向即LD方向长大,一直延续到成形试块的顶部。电子束熔丝成形试块中柱状晶组织的宽度为毫米量级,最大宽度接近3 mm,并且由下至上逐渐变宽。

如图3所示,在柱状晶内成形组织由片层状 α 相组成,交织排列的大集束束集平直,束集间纵横交错,角度约为90°角。 α 片极为细小,长而平直且具有一定的纵宽比。在晶界处有大量的鱼骨状排列的 α 片层组织,且由晶界向晶内生长。



图2 TC18试块的宏观金相组织
Fig.2 Macrostructure of TC18 titanium fabricated by EBWD

2.2 织构

使用 X 射线衍射仪分别测取电子束熔丝快速成形 α 相及 β 相的织构极图, 结果如图 4~5 所示。图 4a 为 α 相基面 $\{0002\}$ 织构极图, 可见电子束熔丝成形 TC18 钛合金中的 α 相基面形成较强的织构, 取向主要分布在四个方向, 分别为法向 ND 偏向 TD 与 LD 约 $30^\circ \sim 45^\circ$ 的方向, 并位于中心点与 TD、LD 两极的连线上, 最大值在 ND 偏向 TD 约 30° 角的方向。 $\varphi_1=0$

处的取向分布函数 ODF 如图 4b 所示, 可见 α 相在欧拉角 $\{\varphi_1, 10, 30\}$, $\{\varphi_1, 45, 30\}$, $\{\varphi_1, 75, 30\}$ 处形成较强的织构, 且极值点在 $\Phi=45^\circ$ 角处。图 4c, d 分别给出了 α 相 $\{100-1\}$ 和 $\{101-1\}$ 晶面极图, 相较于基面的取向分布, 其他晶面未形成强织构, 即其他晶面的取向较为分散。图 5 给出了测得的 β 相织构极图, 可见 β 相晶体的 $\{110\}$ 极图具有与 α 相 $\{0002\}$ 极图相同的特征。这符合伯格关系式, 即 β 相与 α 相的体心立方

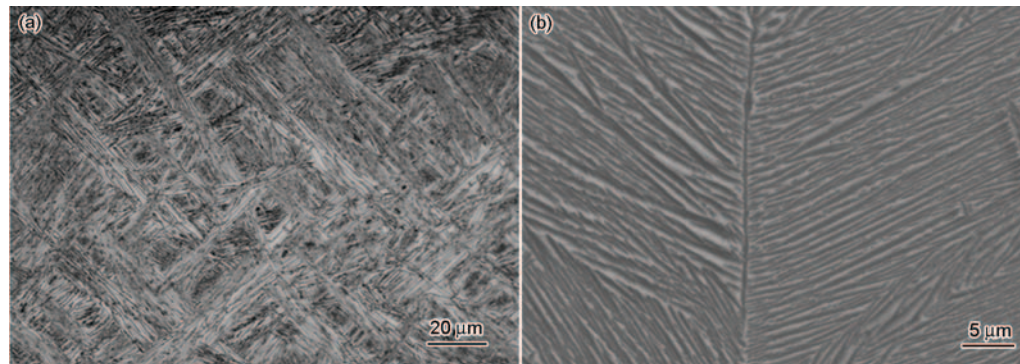


图 3 电子束熔丝成形 TC18 钛合金试块显微组织
Fig.3 Microstructure of TC18 titanium fabricated by EBWD

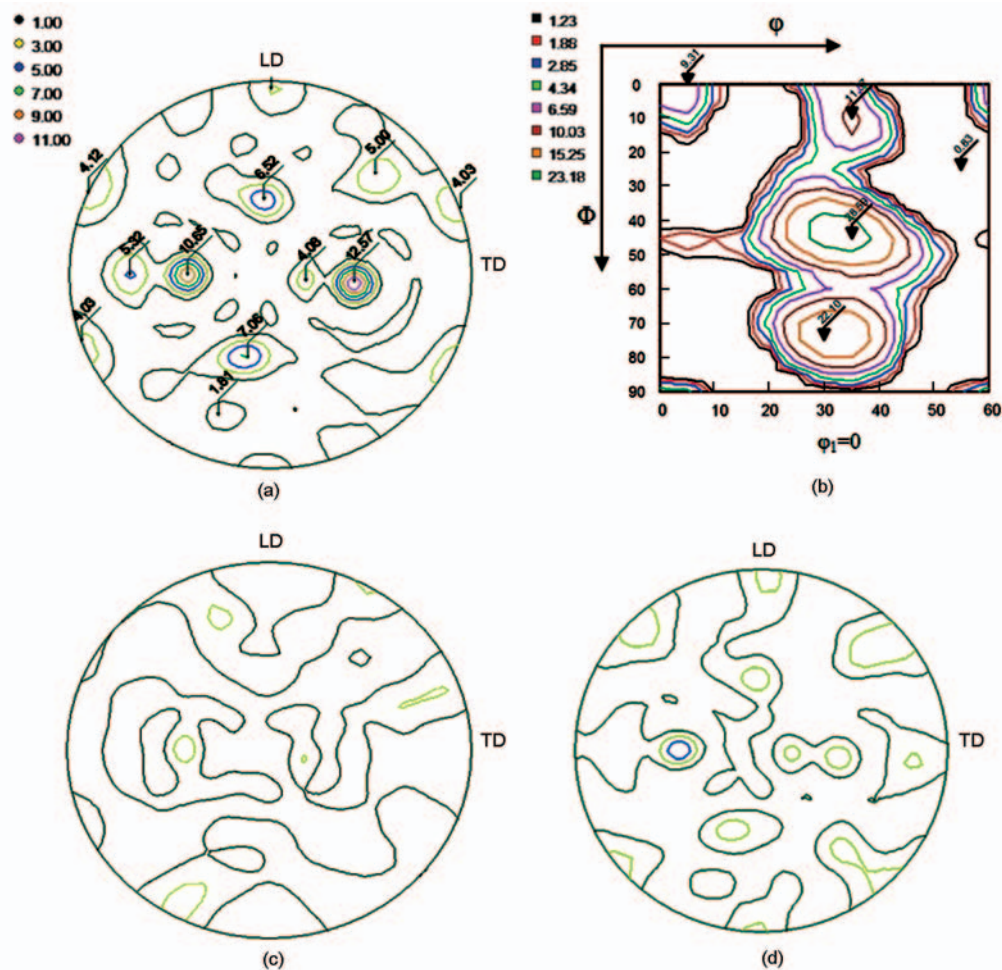


图 4 电子束熔丝成形 TC18 钛合金 α 相极图及 ODF 图
Fig.4 Texture pole figure and ODF of α phase textured by XRD (a) $\{0002\}$ (b) ODF (c) $\{100-1\}$ (d) $\{101-1\}$

结构向密排六方结构的晶体结构转变遵循关系式 $(110)\beta// (0002)\alpha$, 但是两相组织的强度有较大的差别, 并且在转变过程中外加热力场影响下的变体选择使转变的 α 相取向更为集中。在组织外延生长且原始 β 晶粒快速长大的情况下 β 相 $\{100\}$ 面的取向集

中在 LD 与 TD 极点, 晶体取向具有明显的特点。但是由于样品大小的限制以及晶粒粗大的影响, 在测试面内的晶粒数量较少, 对 β 相的取向分布统计造成影响。

图 6~9 给出了 EBSD 测得的实验样品组织数

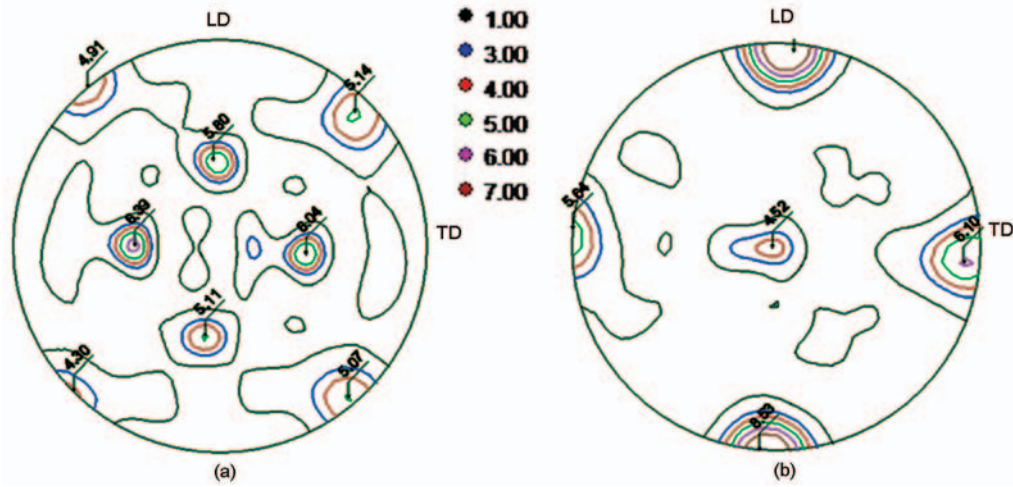


图5 电子束熔丝成形 TC18 钛合金的 β 相极图

Fig.5 Texture pole figure of β phase textured by XRD (a) $\{110\}$ (b) $\{100\}$

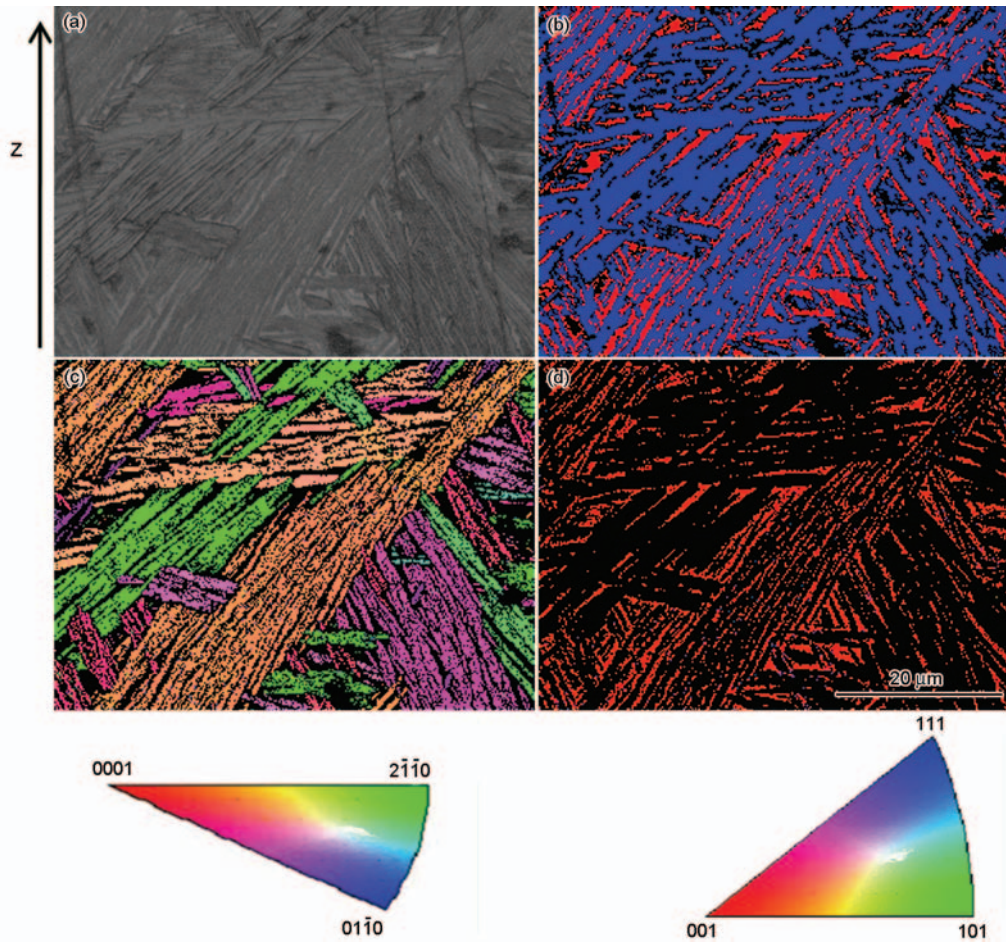


图6 成形 TC18 钛合金的 EBSD 取向成像图

Fig.6 EBSD orientation imaging figure of TC18 fabricated by EBWD (a) SEM image, (b) orientation maps of α phase and β phase, (c) α phase, (d) β phase

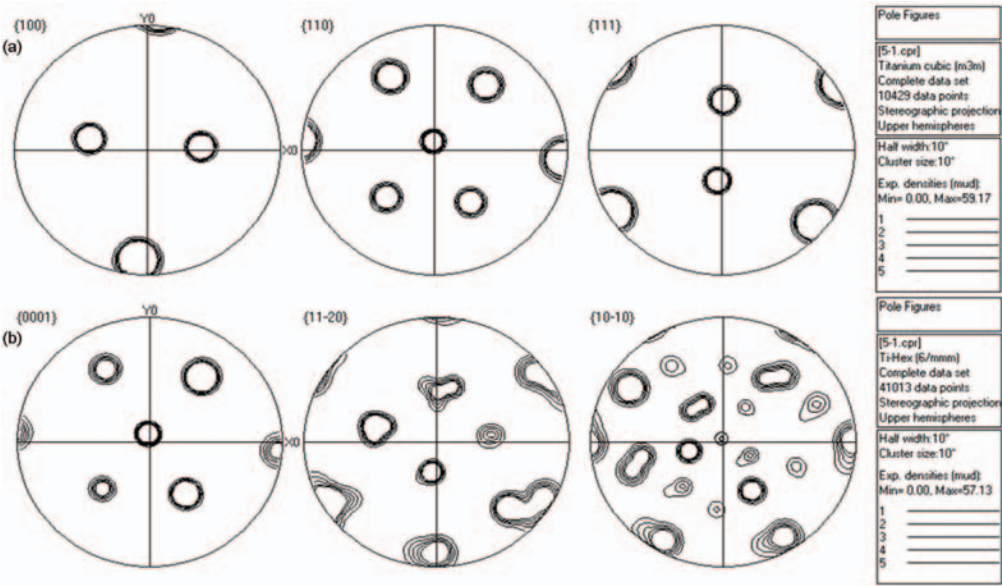


图7 成形 TC18 钛合金的EBSD取向极图
Fig.7 EBSD pole figures of TC18 fabricated by EBWD (a) β phase (b) α phase

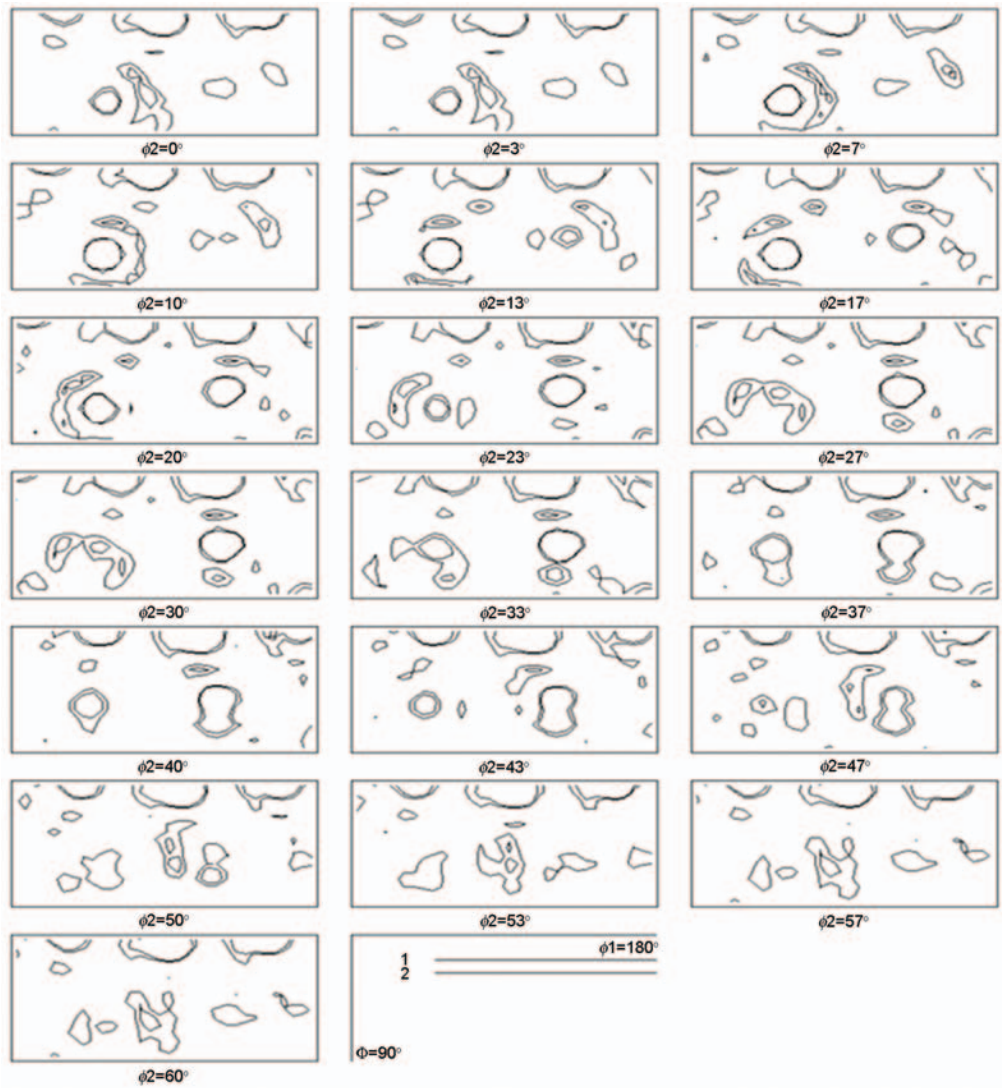


图8 α 相的ODF图
Fig.8 ODF figure of TC18 α phase

据。图6a为衬度图,可见柱状晶内由大量魏氏组织组成,束集间相互方向为随机分布。图6b为样品两相分布图,图中蓝色部分为 α 相,红色部分为 β 相,黑色为未解析出的点,可见在成形组织中 β 相含量较高。在沉积金属冷却凝固过程中在 β 相基体中析出大量片层 α 相,片层 α 相取向主要为 $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ 和接近 $\langle 0001 \rangle$ 方向,而基体 β 相的取向完全相同,接近 $\langle 100 \rangle$ 方向。产生这种现象的可能原因是,在 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变发生前母相 β 相的取向为 $\langle 100 \rangle$ 方向。用EBSD测得的极图如图7所示,可见在 $\{0001\}$ 极图中仍存在6个 α 取向,但是强度分布较为均匀。将 α 相 $\{0001\}$ 极图与 β 相 $\{100\}$ 极图对比,可知两相间仍存在明显的Burgers取向关系。图8给出了 α 相ODF,可见 α 结构主要由 $\{0001\} \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$, $\{0001\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$, $(\bar{1}2\bar{1}1) [2\bar{1}\bar{1}3]$ 及 $(\bar{1}2\bar{1}2) [1\bar{2}13]$ 组成,其强度大致分布均匀。但是, $\{0001\} \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ 、 $\{0001\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ 的结构强度几乎保持不变。已知晶粒越大产生的变体选择越强,在 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变过程中 α 相有12种变体,经电子束沉积后晶粒尺寸都比较大。在该晶粒中只出现了六种变体,说明在相变过程中存在较强的变体选择。由 α 取向差分布图(图9)可见,大部分 α 片层仍遵循Burgers取向关系,且取向差为 90° 左右的频率偏高。同时, 30° 及 70° 左右也开始出现峰值,其原因可能是成形过程中的循环热造成较大的应力积累。在内应力的影响下,某些取向的 α 片层取向发生偏离。

对比XRD与EBSD织构测试实验数据,原始 β 晶粒内(单个柱状晶内)的 β 相具有相同的取向,接近 $\langle 100 \rangle$ 方向,不同柱状晶间 β 相的晶体取向具有明显

的规律,即主要集中分布在成形路径以及沉积生长方向。 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变过程遵循Burgers取向关系,在 β 相形成织构的情况下 α 相取向也形成较强织构,在一个柱状晶内集束中 α 相具有相同的取向,不同集束间 α 相主要有六种取向,相变过程发生了较强的变体选择。 α 相取向在宏观角度的表现为形成强基面织构,基面取向主要分布在ND偏向TD或LD约 $30^\circ \sim 45^\circ$ 角的方向,主要有四种取向。

3 讨论

电子束熔丝成形工艺是一个材料逐层堆积成形的增材制造过程。由金相组织测试结果及文献资料^[4]可知,成形金属的凝固过程实际上是一个以熔池底部母材的 β 晶粒作为基底的外延生长过程。在高能电子束流的作用下基材表面熔化并形成熔池,熔池温度在成形金属的液相线温度以上,而熔池底部的母材温度已达到或超过合金固相线温度,熔池底部于熔体接触的母材 α 相已完全转变为 β 单相组织并快速粗化长大。图10给出了TC18钛合金电子束熔丝快速成形凝固组织形成示意图。在基材的自淬冷却作用下,束流向前移动后熔池中的金属便开始快速凝固。在高温下钛的化学活性很强,熔池中的钛还原钛合金熔体中几乎所有的难熔化合物。电子束熔池中几乎没有可作为非自发形核核心的质点,而熔体中沿垂直液固界面方向散热最快,即成形平面的法向,液固界面前沿温度梯度最大。以上几种因素导致熔池在自淬快速冷却过程是以熔池底部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒作为衬底的直接外延生长过程,是在原有晶粒的基础上 β 晶粒的进一步长大^[5]。

伴随着熔池的远离钛合金从两相区以上温度冷却,材料中的各合金元素重新分派,组织中的体心立方的 β 相发生向密排六方 α 相的转变过程。在 α - β 相变过程中体心立方结构与密排六方结构晶体之间的转变关系可表示为^[6]

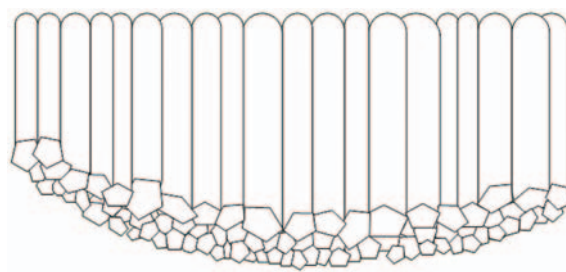


图10 TC18 钛合金电子束熔丝成形凝固组织的形成示意图

Fig.10 Schematic illustration of β grain-coarsening in HAZ beneath the melt-pool

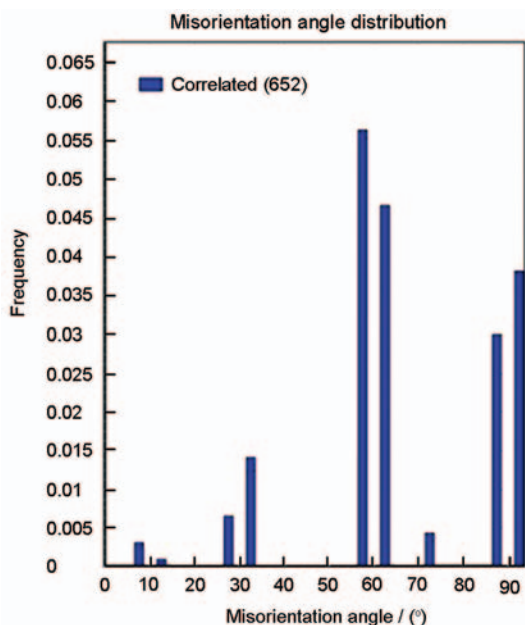
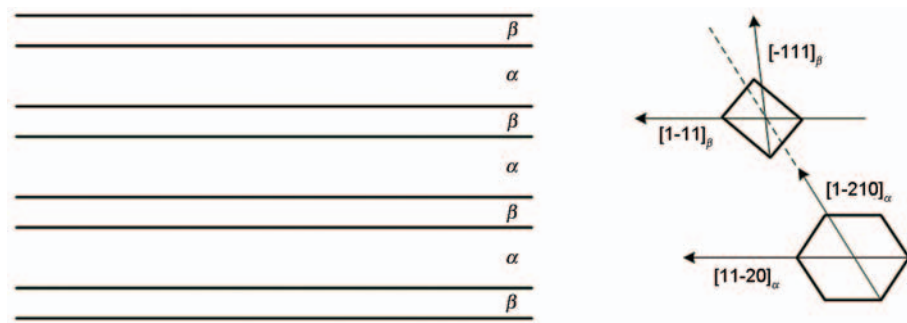


图9 α 相晶粒的取向差分布图

Fig.9 Orientation distribution difference of α phase

图 11 钛合金 α - β 两相的晶体结构转变示意图Fig.11 Relationship between crystal α lamellar and β matrix

$$(110)_\beta // (0002)_\alpha$$

$$[1\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$$

在相变过程中,由于基材与熔积体的温差大,合金以较快的冷却速度从 β 相进入 $(\alpha+\beta)$ 相区域, α 相的形核分为两部分。相对于 β 相,不连续的 α 相先在 β 相晶界上成核,然后沿着 β 相晶界形成连续的 α 相层。在连续的冷却过程中片状 α 相或是在连续的 α 相层形核,或在 β 相晶界上形核并生长到 β 晶粒内部而形成平行的片状 α 相^[7]。在一个晶团中, α 和 β 片状体之间的晶体学关系满足伯格(Burgers)关系,如图 11 所示。 α 晶体长大在原始 β 晶粒中形成相互交错的 α 片束,每个 α 片束内 α 片条互平行、 α 片条间由残留的 β 相隔开,且在一个小片束内 α 相和 β 相片状体之间的转变同样满足伯格(Burgers)关系。 α 片束在 β 晶粒内部生长,直到在 β 晶粒内其他区域形核并同样符合 Burgers 关系的 α 片束与它相遇^[8-9]。

在电子束熔丝快速成形过程中成形面法向为传导散热,热量传导速率明显高于其他方向的辐射散热方式。因此,成形金属内部形成竖直方向的柱状晶。由组织测试结果可知,成形的钛合金内部形成了明显的组织。在晶体外延生长的情况下,新沉积金属在原有基体晶粒的基础上迅速长大,晶体取向具有继承的特性,即基体表层晶体的取向影响沉积层的原始 β 晶取向,又竖直方向的传热速率最大, β 晶沿该方向快速长大。在随后的冷却过程中 β 晶向 α 相的转变符合 Burgers 关系,在 β 晶体取向的基础上 α 相晶体取向形成相应的组织。实验结果显示,柱状晶内的 β 相有完全相同的取向,而不同柱状晶之间的 β 相主要存在三个取向,分别沿着 TD、LD 及 ND; 一个原始 β 晶内 α 相主要有六种取向,在 β - α 的晶体转变过程中发生了较强的变体选择,而宏观尺度的 α 相主要有四种取向。以上实验结果说明,在电子束熔丝成形工艺特殊热力场的影响下钛合金组织中晶体取向分布有明显的规律, α 、 β 两相都形

成了较强的组织。由于晶体结构在不同的取向性能各异,特别是密排六方的 α 相晶体,这种成形组织中的晶体取向规律为电子束熔丝成形构件力学性能各向异性研究提供了一定的理论依据。

4 结论

(1) 用电子束熔丝快速成形的 TC18 钛合金宏观金相组织为沿竖直方向生长的粗大柱状晶,柱状晶的晶粒以外延生长的方式从熔池底部长大。

(2) 在成形的 TC18 钛合金中 α 相基面形成强组织,且取向分布具有明显规律。在沉积过程中,在柱状晶内 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变生成了六种 α 相变体;而不同柱状晶间的 α 相主要有四种取向,并在欧拉角 $\{\varphi 1, 10, 30\}$ 、 $\{\varphi 1, 45, 30\}$ 和 $\{\varphi 1, 75, 30\}$ 处 α 相组织强度形成极值点。

(3) β 相的 $\{110\}$ 和 $\{100\}$ 面都形成了较强的组织,其中 $\{110\}$ 面的晶体取向规律与 α 相 (0002) 面符合伯格(Burgers)关系式, $\{100\}$ 面形成 B/T 型组织。在柱状晶内大多数 β 晶粒有 $\langle 001 \rangle$ 方向的强丝组织,且晶粒间取向差小于 10° 。不同柱状晶间取向分别沿着各个极轴方向,具有明显的规律。

参考文献

- [1] Lou J, Suo H B, Liu J R, et al. Tensile properties of rapidly solidified TC18 titanium alloy with columnar crystal structure by electron-beam deposition [J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2012, 23(6): 110
(娄 军, 锁红波, 刘建荣等. 电子束快速成形 TC18 钛合金柱状晶组织的拉伸性能[J]. 材料热处理学报, 2012, 23(6): 110)
- [2] Chen Z Y, Suo H B, Li J W, The forming character of electron beam freeform fabrication [J]. Aerosp. Manuf. Technol. 2010, (2): 36
(陈哲源, 锁红波, 李晋炜. 电子束熔丝沉积快速制造成型技术与组织特征[J]. 制造技术研究, 2010, (2): 36)
- [3] Boyer R R. An over view on use of titanium in the aerospace industry[J]. Materials Science and Engineering, 1996, A213: 103
- [4] Liu B, Fang Y L, Li A, et al. Abnormal grain coarsening of laser surface remelting rapidly solidified TA15 titanium alloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2009, 38(6): 5

- (刘 彬, 方艳丽, 李 安等. TA15 钛合金激光表面重熔快速凝固晶粒异常粗化[J].稀有金属材料与工程, 2009, 38(6): 5)
- [5] Bozzolo N, Dewobroto N, Grosdidier T, et al. Texture evolution during grain growth in recrystallized commercially pure titanium[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 397(1): 346-355
- [6] Lütjering G, Williams J C. Titanium [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2011
- (Lütjering G, Williams J C. 钛[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2011)
- [7] Heller H W F, Dorp J H van, Wolff G, et al. Recrystallization behavior of left brace 110 right brace 112 direction aluminium single crystals after rolling and plane-strain deformation [J]. Metal Science, 1981, 15(8): 333
- [8] Bozzolo N, Dewobroto N, Grosdidier T, et al. Texture evolution during grain growth in recrystallized commercially pure titanium [J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 397(1): 346
- [9] Torster F, Andres C, Lütjering G, et al. Correlation between texture and high temperature mechanical properties of the titanium alloy IMI834 [J]. Zeitschrift für Metallkunde, 1999, 90(3): 174

(责任编辑:黄 青)